

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-131454

(43)Date of publication of application : 15.05.2001

(51)Int.Cl.

C09D 11/00  
B41J 2/01  
B41M 5/00  
C08J 3/07  
C08J 3/12  
C09B 25/00  
C09B 67/46  
// C08L 67:00

(21)Application number : 2000-223256

(71)Applicant : MITSUI CHEMICALS INC

(22)Date of filing : 25.07.2000

(72)Inventor : MATSUZAKI YORIAKI

OI TATSU

OKUMA TADASHI

KOUGO OSAMU

(30)Priority

Priority number : 11215070  
11235288

Priority date : 29.07.1999  
23.08.1999

Priority country : JP

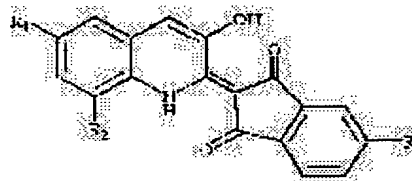
JP

(54) QUINOPHTHALONE COMPOUND AND WATER BASE INK FOR INK JET RECORDING  
USING SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a pigment suitable for an ink jet recording pigment and especially excellent in water resistance, light resistance and compatibility with a resin, a water base ink for ink jet recording using the pigment and having an excellent performances in light resistance and storage stability and a water base ink for ink jet recording system, especially capable of forming an image having high quality and no bleeding and giving a recorded image having water resistance as an ink for an ink jet recording system.

SOLUTION: In the water base ink for ink jet recording mainly consisting of at least a water insoluble pigment, water and a resin to form an emulsion, the pigment used comprises at least a pigment represented by general formula (1).



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

07.01.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-131454

(P2001-131454A)

(43) 公開日 平成13年5月15日 (2001.5.15)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード <sup>*</sup> (参考)
C 0 9 D 11/00		C 0 9 D 11/00	
B 4 1 J 2/01		B 4 1 M 5/00	E
B 4 1 M 5/00		C 0 8 J 3/07	CFD
C 0 8 J 3/07	CFD	3/12	Z
3/12		C 0 9 B 25/00	Z
審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 18 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-223256(P2000-223256)

(22) 出願日 平成12年7月25日 (2000.7.25)

(31) 優先権主張番号 特願平11-215070

(32) 優先日 平成11年7月29日 (1999.7.29)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(31) 優先権主張番号 特願平11-235288

(32) 優先日 平成11年8月23日 (1999.8.23)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000005887

三井化学株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72) 発明者 松▲崎▼▲頼▼明

千葉県袖ヶ浦市長浦字拓二号580番地32

三井化学株式会社内

(72) 発明者 大井 龍

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号 三

井化学株式会社内

(74) 代理人 100075247

弁理士 最上 正太郎

最終頁に続く

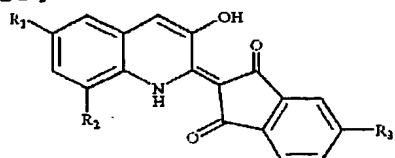
(54) 【発明の名称】 キノフタロン化合物および該化合物を用いたインクジェット記録用水系インク

## (57) 【要約】

【課題】 インクジェット記録用色素として、特に耐水性に優れ、さらに耐光性、樹脂との相容性に優れたインクジェット用途に好適な色素、これを用いて耐光性、保存安定性に優れた性能を示すインクジェット記録用水系インクを提供することであり、特にインクジェット記録方式のインクとして高品位で滲みのない画像形成が可能で、記録画像も耐水性に優れた特性を有する、優れた水系インクを提供することである。

【解決手段】 少なくとも水に不溶の色素、水、樹脂を主成分としエマルジョンを形成しているインクジェット記録用水系インクにおいて、色素が少なくとも下記一般式(1)

【化1】



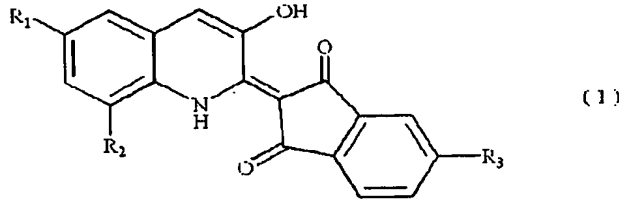
(1)

で表される色素であることを特徴とするインクジェット記録用水系インクが開示されている。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水に不溶の色素、水および樹脂を少なくとも主成分とし、エマルジョンを形成しているインクジ\*

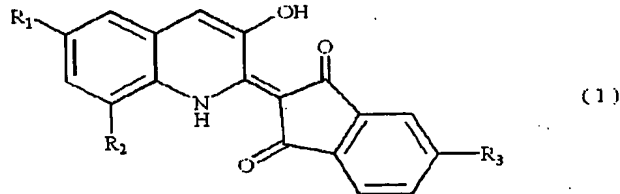
※エット記録用水系インクにおいて、一般式(1)  
【化1】



【式中、R<sub>1</sub>～R<sub>3</sub>はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、-CONR<sub>4</sub>R<sub>5</sub>、または-COOR<sub>6</sub>。(R<sub>4</sub>～R<sub>6</sub>はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基または置換されていてもよいアリール基を表す)を表す。但し、R<sub>1</sub>～R<sub>3</sub>の全てが同時に水素原子になることはない。】で表されるキノフタロン化合物から選ばれる少なくとも一種の黄色系色素を含有することを特徴とするインクジェット記録用水系インク。

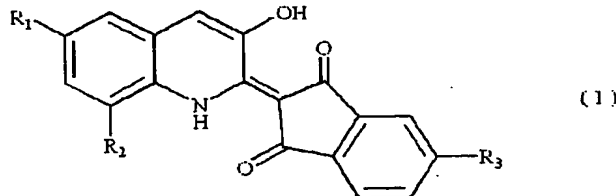
【請求項2】 請求項1記載の一般式(1)において、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>が-CONR<sub>4</sub>R<sub>5</sub>、または-COOR<sub>6</sub>。(R<sub>4</sub>～R<sub>6</sub>はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す)であることを特徴とする請求項1記載のインクジェット記録用水系インク。

【請求項3】 請求項1記載の一般式(1)において、※



【式中、R<sub>1</sub>は総炭素数2以上の直鎖、分岐または環状のアルキル基を表し、R<sub>2</sub>は水素原子を表し、R<sub>3</sub>は-CONR<sub>4</sub>R<sub>5</sub>。(R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>はそれぞれ独立に、総炭素数6以上の直鎖、分岐または環状のアルキル基を表す)を表す。】で表されるキノフタロン化合物。

【請求項6】 請求項5記載の一般式(1)において、★



【式中、R<sub>1</sub>～R<sub>3</sub>はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、-CONR<sub>4</sub>R<sub>5</sub>、または-COOR<sub>6</sub>。(R<sub>4</sub>～R<sub>6</sub>はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す)を表す。但し、R<sub>1</sub>～R<sub>3</sub>の総てが同時に水素原子になることはない。】で表されるキノフタロン化合物からなる群から選ばれる少な

くとも一種の黄色系色素または総炭素数5以下の置換されていてもよいアルキル基、R<sub>2</sub>とR<sub>3</sub>のいずれか一方が水素原子、他方が-CONR<sub>4</sub>R<sub>5</sub>、または-COOR<sub>6</sub>。(R<sub>4</sub>～R<sub>6</sub>はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す)であることを特徴とする請求項1記載のインクジェット記録用水系インク。

【請求項4】 請求項1記載の一般式(1)において、R<sub>1</sub>が水素原子または総炭素数5以下の置換されていてもよいアルキル基、R<sub>2</sub>が水素原子、R<sub>3</sub>が-CONR<sub>4</sub>R<sub>5</sub>。(R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>はそれぞれ独立に、総炭素数6以上の置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す)であることを特徴とする請求項1記載のインクジェット記録用水系インク。

【請求項5】 一般式(1)

【化2】

★R<sub>1</sub>がイソプロピル基、R<sub>2</sub>が水素原子、R<sub>3</sub>が-CONR<sub>4</sub>R<sub>5</sub>。(R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>はそれぞれ独立に、炭素数8以上の直鎖または分岐のアルキル基を表す)で表される請求項5記載のキノフタロン化合物。

【請求項7】 一般式(1)

【化3】

くとも一種の黄色系色素で着色された樹脂微粒子。

【請求項8】 請求項7記載の着色された樹脂微粒子を水媒体中に分散してなる分散体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェット記録方式に好適に用いられるインクジェット記録用インク

に関する。特に、インクジェット記録用水系インクの黄色系色素として有効な化合物及びこれを用いたインクジェット記録用水系インクに関する。

【0002】

【従来の技術】通常、インクジェット記録方式の記録用インクとしては、水系インクが用いられている。水系インクは、基本的に色素、水及び有機溶剤から構成され、臭気、人体及び周辺環境への安全性を配慮して、水を主溶媒とするインクとなっている。また、色素としては、一般的には酸性染料、塩基性染料、反応性染料、及び直接性染料等の水溶性染料が使用されている。インクジェット記録用インク及び色素に関しては、以下に示す様々な要求特性、すなわち、(1)インクの粘度、表面張力、比電導度、密度、pH等の物性値が適当であること、(2)インクの長期保存安定性が良好であること、(3)溶解成分の溶解安定性が高く、ノズルを目詰まりさせないこと、(4)被記録材での速乾性が良好であること、(5)記録画像が鮮明であり、耐光性、耐水性が良好であること、が挙げられるが、現状では、全ての特性を満足するに至っていない。

【0003】特に、通常使用されている水系インクの場合、水溶性染料を使用しているために、記録画像に水が掛かった場合、染料が溶出し、記録画像が滲んだり、消失してしまうなど、耐水性に大きな問題がある。したがって、現在、耐水性向上に注力した様々な検討がなされている。例えば、顔料または油溶性染料を色素として用いるインクや、水溶性染料を用いた水性インクに有機溶剤や樹脂等を添加する方法等の検討がされている。しかし、顔料を用いた場合には、分散安定性が悪く保存安定性が不良であったり、ノズルの目詰まりを引き起こす等の問題があった。油溶性染料を用いた場合には有機溶剤を用いているため、臭気等の環境衛生等に問題があったり、インクの滲みが大きく画像品位の低下を招くなどの\*

\*問題があった。また、添加剤を加えたインクの場合でも、保存安定性が不良であったり、ノズルの目詰まり、あるいはインクが高粘度化しインクの飛翔が悪い等の問題点もあった。

【0004】最近では、特開平6-340835号公報等に、染料または顔料によって着色されたポリエステル樹脂を分散質とする水系分散体を用いるインクが記載されている。しかし、顔料については、依然として前記の問題が残されており、染料についても樹脂との相溶性が悪いため、インク中に析出物が現れ、保存安定性が不良となり、ノズルの目詰まりを引き起こす等の問題を依然として抱えている。以上のように、特にインクジェット記録方式に用いられるインクの諸特性は、色素固有の特性に影響されるところが大きく、前記の諸要求特性を満たす色素の創出が極めて重要である。

【0005】

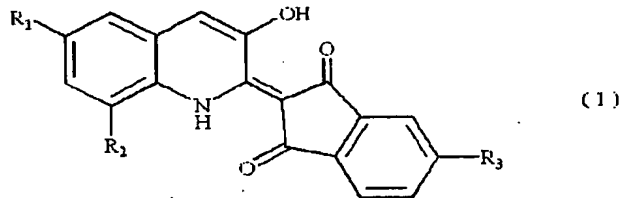
【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、有機溶媒への溶解性が高く、耐水性に優れ、さらに耐光性、樹脂との相溶性に優れた色素、並びにこれを用いた、耐水性、耐光性、かつ保存安定性に優れたインクジェット記録方式に最適の黄色系のインクジェット記録用水系インクを提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、一般式(1)で表される化合物が、上記目的に適う色素であることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、次の通りである。

(1) 水に不溶の色素、水および樹脂を少なくとも主成分とし、エマルジョンを形成しているインクジェット記録用水系インクにおいて、一般式(1)：

【化4】



【式中、 $R_1 \sim R_5$ はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、 $-\text{CONR}_4R_5$ 、または $-\text{COOR}_6$  ( $R_4 \sim R_6$ はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す)を表す。但し、 $R_1 \sim R_5$ の全てが同時に水素原子になることはない。】で表されるキノフタロン化合物から選ばれる少なくとも1種の黄色系色素を含有することを特徴とするインクジェット記録用水系インク。

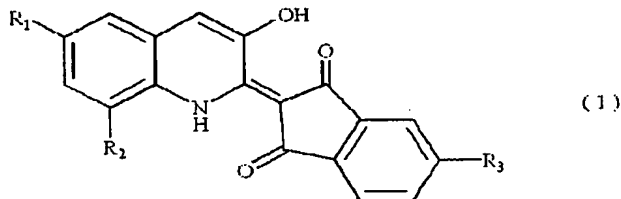
(2) (1)記載の一般式(1)において、 $R_2$ 、 $R_5$ が $-\text{CONR}_4R_6$ 、または $-\text{COOR}_6$  ( $R_4 \sim R_6$

はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す)で表されるものであることを特徴とする(1)記載のインクジェット記録用水系インク。

(3) (1)記載の一般式(1)において、 $R_1$ が水素原子、総炭素数5以下の置換されていてもよいアルキル基、 $R_2$ と $R_5$ のいずれか一方が水素原子、他方が $-\text{CONR}_4R_6$ 、または $-\text{COOR}_6$  ( $R_4 \sim R_6$ はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す)で表されるものであることを特徴とする(1)記載のイン

クジェット記録用水系インク。

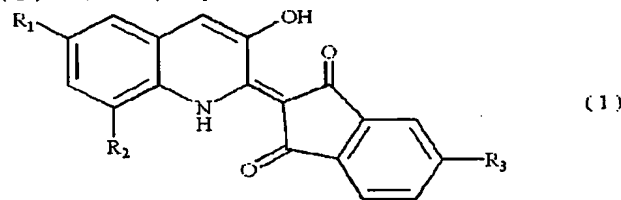
(4) (1) 記載の一般式 (1) において、 $R_1$  が水素原子または総炭素数 5 以下の置換されていてもよいアルキル基、 $R_2$  が水素原子、 $R_3$  が  $-\text{CONR}_4\text{R}_5$  ( $R_4$ 、 $R_5$  はそれぞれ独立に、総炭素数 6 以上の置換され\*



(1)

〔式中、 $R_1$  は総炭素数 2 以上の直鎖、分岐または環状のアルキル基を表し、 $R_2$  は水素原子を表し、 $R_3$  は  $-\text{CONR}_4\text{R}_5$  ( $R_4$ 、 $R_5$  はそれぞれ独立に、総炭素数 6 以上の直鎖、分岐または環状のアルキル基を表す) を表す。〕で表されるキノフタロン化合物。

(6) (5) 記載の一般式 (1) において、 $R_1$  がイソ※



(1)

〔式中、 $R_1 \sim R_3$  はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、 $-\text{CONR}_4\text{R}_5$ 、または  $-\text{COOR}_6$  ( $R_4 \sim R_6$  はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す) を表す。但し、 $R_1 \sim R_3$  の総てが同時に水素原子になることはない。〕で表されるキノフタロン化合物で着色された樹脂微粒子。

(8) (7) 記載の着色された樹脂微粒子を水媒体中に分散してなる分散体。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明は、少なくとも、水に不溶の色素、水及び樹脂を主成分としエマルジョンを形成しているインクジェット記録用水系インクに関し、

① 水に不溶の色素が前記一般式 (1) で表される化合物の少なくとも一種の黄色系色素であり、

② 一般式 (1) で表される化合物の少なくとも一種の色素で着色された樹脂微粒子であり、

③ この樹脂微粒子を水媒体に分散させた分散体であり、さらに

④ この樹脂微粒子を乳化分散させたエマルジョンであるインクジェット記録用水系インクである。

【0009】本発明に係る色素、すなわち、本発明のインクジェット記録用水系インクに好ましく用いられる色素は、前記一般式 (1) で表されるキノフタロン化合物から選ばれる黄色系色素〔以下、インクジェット記録用色素ともいう〕である。前記一般式 (1) で表されるキノフタロン化合物において、 $R_1 \sim R_3$  はそれぞれ独立

※ていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す) で表されるものであることを特徴とする (1) 記載のインクジェット記録用水系インク。

【0007】(5) 一般式 (1)

〔化 5〕

※プロピル基、 $R_2$  が水素原子、 $R_3$  が  $-\text{CONR}_4\text{R}_5$  ( $R_4$ 、 $R_5$  はそれぞれ独立に、炭素数 8 以上の直鎖または分岐のアルキル基を表す) で表される (5) 記載のキノフタロン化合物。

(7) 一般式 (1)

〔化 6〕

に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、 $-\text{CONR}_4\text{R}_5$ 、または  $-\text{COOR}_6$  ( $R_4 \sim R_6$  はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す) を表す。但し、 $R_1 \sim R_3$  の全てが同時に水素原子になることはない。

【0010】一般式 (1) において、置換されていてもよいアルキル基としては特に限定されるものではないが、例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、イソブチル基、*tert*-ブチル基、*sec*-ブチル基、*n*-ペンチル基、イソペンチル基、*tert*-ペンチル基、*sec*-ペンチル基、シクロペンチル基、*n*-ヘキシル基、1-メチルペンチル基、2-メチルペンチル基、3-メチルペンチル基、4-メチルペンチル基、1, 1-ジメチルブチル基、1, 2-ジメチルブチル基、1, 3-ジメチルブチル基、2, 3-ジメチルブチル基、1, 1, 2-トリメチルブチル基、1, 2, 2-トリメチルブチル基、1-エチルブチル基、2-エチルブチル基、1-エチル-2-メチルプロピル基、シクロヘキシル基、メチルシクロペンチル基、*n*-ヘプチル基、1-メチルヘキシル基、2-メチルヘキシル基、3-メチルヘキシル基、4-メチルヘキシル基、5-メチルヘキシル基、1, 1-ジメチルペンチル基、1, 2-ジメチルペンチル基、1, 3-ジメチルペンチル基、1, 4-ジメチルペンチル基、2, 2-ジメチルペンチル基、2, 3-ジメチルペンチル基、2, 4-ジメチルペンチル基、3, 3-ジ

メチルベンチル基、3, 4-ジメチルベンチル基、1-エチルベンチル基、2-エチルベンチル基、3-エチルベンチル基、1, 1, 2-トリメチルブチル基、1, 1, 3-トリメチルブチル基、1, 2, 3-トリメチルブチル基、1, 2, 2-トリメチルブチル基、1, 3, 3-トリメチルブチル基、2, 3, 3-トリメチルブチル基、1-エチル-1-メチルブチル基、1-エチル-2-メチルブチル基、1-エチル-3-メチルブチル基、2-エチル-1-メチルブチル基、2-エチル-3-メチルブチル基、1-n-プロピルブチル基、1-i s o-プロピルブチル基、1-i s o-プロピル-2-メチルブチル基、メチルシクロヘキシル基、n-オクチル基、1-メチルヘプチル基、2-メチルヘプチル基、3-メチルヘプチル基、4-メチルヘプチル基、5-メチルヘプチル基、6-メチルヘプチル基、1, 1-ジメチルヘキシル基、1, 2-ジメチルヘキシル基、1, 3-ジメチルヘキシル基、1, 4-ジメチルヘキシル基、1, 5-ジメチルヘキシル基、2, 2-ジメチルヘキシル基、2, 3-ジメチルヘキシル基、2, 4-ジメチルヘキシル基、2, 5-ジメチルヘキシル基、3, 3-ジメチルヘキシル基、3, 4-ジメチルヘキシル基、3, 5-ジメチルヘキシル基、4, 4-ジメチルヘキシル基、4, 5-ジメチルヘキシル基、1-エチルヘキシル基、2-エチルヘキシル基、3-エチルヘキシル基、4-エチルヘキシル基、1-n-プロピルベンチル基、2-n-プロピルベンチル基、1-i s o-プロピルベンチル基、2-i s o-プロピルベンチル基、1-エチル-1-メチルベンチル基、1-エチル-2-メチルベンチル基、1-エチル-3-メチルベンチル基、1-エチル-4-メチルベンチル基、2-エチル-1-メチルベンチル基、2-エチル-2-メチルベンチル基、2-エチル-3-メチルベンチル基、2-エチル-4-メチルベンチル基、3-エチル-1-メチルベンチル基、3-エチル-2-メチルベンチル基、3-エチル-3-メチルベンチル基、3-エチル-4-メチルベンチル基、1, 1, 2-トリメチルベンチル基、1, 1, 3-トリメチルベンチル基、1, 1, 4-トリメチルベンチル基、1, 2, 2-トリメチルベンチル基、1, 2, 3-トリメチルベンチル基、1, 2, 4-トリメチルベンチル基、1, 3, 4-トリメチルベンチル基、2, 2, 3-トリメチルベンチル基、2, 2, 4-トリメチルベンチル基、2, 3, 4-トリメチルベンチル基、1, 3, 3-トリメチルベンチル基、2, 3, 3-トリメチルベンチル基、3, 3, 4-トリメチルベンチル基、1, 4, 4-トリメチルベンチル基、2, 4, 4-トリメチルベンチル基、3, 4, 4-トリメチルベンチル基、1-n-ブチルブチル基、1-i s o-ブチルブチル基、1-sec-ブチルブチル基、1-tert-ブチルブチル基、2-tert-ブチルブチル基、1-n-プロピル-1-メチルブチル基、1-n-プロピル

-2-メチルブチル基、1-n-プロピル-3-メチルブチル基、1-i s o-プロピル-1-メチルブチル基、1-i s o-プロピル-2-メチルブチル基、1-i s o-プロピル-3-メチルブチル基、1, 1-ジエチルブチル基、1, 2-ジエチルブチル基、1-エチル-1, 2-ジメチルブチル基、1-エチル-1, 3-ジメチルブチル基、1-エチル-2, 3-ジメチルブチル基、2-エチル-1, 1-ジメチルブチル基、2-エチル-1, 2-ジメチルブチル基、2-エチル-1, 3-ジメチルブチル基、2-エチル-2, 3-ジメチルブチル基、1, 2-ジメチルシクロヘキシル基、1, 3-ジメチルシクロヘキシル基、1, 4-ジメチルシクロヘキシル基、エチルシクロヘキシル基、n-ノニル基、3, 5, 5-トリメチルヘキシル基、n-デシル基等の直鎖、分岐又は環状のアルキル基、  
【0011】フルオロメチル基、トリフルオロメチル基、クロロメチル基、ジクロロメチル基、トリクロロメチル基、プロモメチル基、ジプロモメチル基、トリプロモメチル基、フルオロエチル基、クロロエチル基、プロモエチル基、トリフルオロエチル基、ペンタフルオロエチル基、テトラクロロエチル基、ヘキサフルオロイソプロピル基等のハロゲン原子が1個以上置換した直鎖、分岐又は環状のハロゲンアルキル基、メトキシメチル基、エトキシメチル基、プロポキシメチル基、ブトキシメチル基、ペントキシメチル基、ヘキシルオキシメチル基、シクロヘキシルオキシメチル基、メトキシエチル基、エトキシエチル基、プロポキシエチル基、ブトキシエチル基、ペントキシエチル基、ヘキシルオキシエチル基、シクロヘキシルオキシエチル基、メトキシプロピル基、エトキシプロピル基、プロポキシプロピル基、ブトキシプロピル基、ペントキシプロピル基、ヘキシルオキシプロピル基、シクロヘキシルオキシプロピル基、メトキシエトキシプロピル基等の直鎖、分岐又は環状のアルコキシアルキル基、メチルチオメチル基、エチルチオメチル基、プロピルチオメチル基、ブチルチオメチル基、ペンチルチオメチル基、ヘキシルチオメチル基、シクロヘキシルチオメチル基、メチルチオエチル基、エチルチオエチル基、プロピルチオエチル基、ブチルチオエチル基、ペンチルチオエチル基、ヘキシルチオエチル基、シクロヘキシルチオエチル基、メトキシエチルチオエチル基、メチルチオプロピル基、エチルチオプロピル基、プロピルチオプロピル基、ブチルチオプロピル基、ペンチルチオプロピル基、ヘキシルチオプロピル基、シクロヘキシルチオプロピル基、メトキシエチルチオプロピル基等の直鎖、分岐又は環状のアルキルチオアルキル基、  
【0012】N-メチルアミノメチル基、N, N-ジメチルアミノメチル基、N-エチルアミノメチル基、N, N-ジエチルアミノメチル基、N-プロピルアミノメチル基、N, N-ジプロピルアミノメチル基、N-メチル

-N-エチルアミノメチル基、N-メチルアミノエチル基、N、N-ジメチルアミノエチル基、N-エチルアミノエチル基、N、N-ジエチルアミノエチル基、N-プロピルアミノエチル基、N、N-ジプロピルアミノエチル基、N-メチル-N-エチルアミノエチル基、N-メチルアミノプロピル基、N、N-ジメチルアミノプロピル基、N-エチルアミノプロピル基、N、N-ジエチルアミノプロピル基、N-プロピルアミノプロピル基、N、N-ジプロピルアミノプロピル基、N-エチル-N-プロピルアミノプロピル基等のアルキルアミノアルキル基又はジアルキルアミノアルキル基、ヒドロキシエチル基等のヒドロキシアルキル基、メチルカルボニルオキシエチル基等のアルキルカルボニルオキシアルキル基、メトキシカルボニルメチル基、エトキシカルボニルメチル基、プロポキシカルボニルメチル基、ブトキシカルボニルメチル基、ペンチルオキシカルボニルメチル基、ヘキシルオキシカルボニルメチル基等のアルコキシカルボニルアルキル基、フェノキシカルボニルメチル基等のアリールオキシカルボニルアルキル基、ベンジル基、フェネチル基のアラルキル基等が挙げられる。

【0013】一般式(1)において、置換されていてもよいアリール基としては特に限定されるものではないが、例えば、フェニル基、ナフチル基、アンスラニル基、2-メチルフェニル基、3-メチルフェニル基、4-メチルフェニル基、2,3-ジメチルフェニル基、2,4-ジメチルフェニル基、2,5-ジメチルフェニル基、2,6-ジメチルフェニル基、3,4-ジメチルフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、3,6-ジメチルフェニル基、2,3,4-トリメチルフェニル基、2,3,5-トリメチルフェニル基、2,3,6-トリメチルフェニル基、2,4,5-トリメチルフェニル基、2,4,6-トリメチルフェニル基、3,4,5-トリメチルフェニル基、2-エチルフェニル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、ヘキシルフェニル基、シクロヘキシルフェニル基、オクチルフェニル基、2-メチル-1-ナフチル基、3-メチル-1-ナフチル基、4-メチル-1-ナフチル基、5-メチル-1-ナフチル基、6-メチル-1-ナフチル基、7-メチル-1-ナフチル基、8-メチル-1-ナフチル基、1-メチル-2-ナフチル基、3-メチル-2-ナフチル基、4-メチル-2-ナフチル基、5-メチル-2-ナフチル基、6-メチル-2-ナフチル基、7-メチル-2-ナフチル基、8-メチル-2-ナフチル基、2-エチル-1-ナフチル基等の直鎖、分岐又は環状のアルキル基が置換したアリール基、

【0014】3-メトキシフェニル基、4-メトキシフェニル基、2,3-ジメトキシフェニル基、2,4-ジメトキシフェニル基、2,5-ジメトキシフェニル基、2,6-ジメトキシフェニル基、3,4-ジメトキシフェニル基、3,5-ジメトキシフェニル基、3,6-ジ

メトキシフェニル基、2,3,4-トリメトキシフェニル基、2,3,5-トリメトキシフェニル基、2,3,6-トリメトキシフェニル基、2,4,5-トリメトキシフェニル基、2,4,6-トリメトキシフェニル基、3,4,5-トリメトキシフェニル基、2-エトキシフェニル基、プロポキシフェニル基、ブトキシフェニル基、ヘキシルオキシフェニル基、シクロヘキシルオキシフェニル基、オクチルオキシフェニル基、2-メトキシ-1-ナフチル基、3-メトキシ-1-ナフチル基、4-メトキシ-1-ナフチル基、5-メトキシ-1-ナフチル基、6-メトキシ-1-ナフチル基、7-メトキシ-1-ナフチル基、8-メトキシ-1-ナフチル基、1-メトキシ-2-ナフチル基、3-メトキシ-2-ナフチル基、4-メトキシ-2-ナフチル基、5-メトキシ-2-ナフチル基、6-メトキシ-2-ナフチル基、7-メトキシ-2-ナフチル基、8-メトキシ-2-ナフチル基、2-エトキシ-1-ナフチル基等の直鎖、分岐又は環状のアルコキシ基が置換したアリール基、

【0015】クロロフェニル基、ジクロロフェニル基、トリクロロフェニル基、プロモフェニル基、ジプロモフェニル基、ヨードフェニル基、フルオロフェニル基、ジフルオロフェニル基、トリフルオロフェニル基、テトラフルオロフェニル基、ペンタフルオロフェニル基等のハロゲン原子が置換したアリール基、トリフルオロメチルフェニル基等のハロゲン化アルキル基が置換したアリール基、N、N-ジメチルアミノフェニル基、N、N-ジエチルアミノフェニル基、N-フェニル-N-メチルアミノフェニル基、N-トリル-N-エチルアミノフェニル基、N-クロロフェニル-N-シクロヘキシルアミノフェニル基、N、N-ジトリルアミノフェニル基等のN-モノ置換アミノ置換アリール基、N、N-ジ置換アミノアリール基が挙げられ、他にメチルチオフェニル基、エチルチオフェニル基、メチルチオナフチル基、フェニルチオフェニル基等のアルキルチオアリール基、アリールチオアリール基等が挙げられる。

【0016】これらの中でも、R<sub>1</sub>、~R<sub>2</sub>として好ましい置換基の例を挙げると、水素原子、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、n-ヘキシル基、n-オクチル基、2-エチルヘキシル基、メトキシエチル基、エトキシエチル基、ブトキシエチル基、メトキシエトキシエチル基である。特に、本発明のインクジェット記録用水系インクに好ましく用いられるキノフタロン化合物としては、一般式(1)において、R<sub>1</sub>が水素原子または総炭素数5以下の置換されていてもよいアルキル基、R<sub>2</sub>とR<sub>3</sub>のいずれか一方が水素原子、他方が-CONR<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>または-COOR<sub>6</sub>。(R<sub>4</sub>、~R<sub>6</sub>はそれぞれ独立に、水素原子、置換されていてもよいアルキル基、または置換されていてもよいアリール基を表す)のものであり、さらに好ましくは、R<sub>1</sub>が水素原子または総炭素数5以下の置換されていて



もよいアルキル基、 $R_2$  が水素原子、 $R_3$  が $-\text{CONR}_4$ 、 $R_5$  ( $R_4$ 、 $R_5$  はそれぞれ独立に、総炭素数6以上の置換されていてもよいアルキル基、置換されていてもよいアリール基を表す) のものである。これらの化合物は特にインクジェット記録用インクの色素として好適である。前記一般式(1)で表されるキノフタロン化合物\*

\*の具体例を第1表(表1)に示すが、本発明のキノフタロン化合物は、第1表の化合物に限定されるものではない。

[0017]

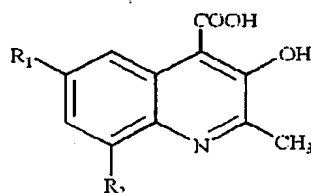
[表1]

第1表

色素 No.	一般式(1)		
	$R_1$	$R_2$	$R_3$
1	$-\text{C}_3\text{H}_7(\text{i})$	H	$-\text{CON}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9]_2$
2	$-\text{C}_3\text{H}_7(\text{i})$	H	$-\text{CON}(\text{C}_8\text{H}_{17})_2$
3	$-\text{C}_3\text{H}_7(\text{i})$	H	$-\text{COO}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{H}$
4	$-\text{C}_8\text{H}_{12}(\text{cyclo})$	H	$-\text{COOC}_6\text{H}_{17}$
5	$-\text{C}_4\text{H}_9(\text{n})$	H	$-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{OC}_2\text{H}_4\text{OC}_2\text{H}_5$
6	$-\text{C}_4\text{H}_9(\text{i})$	H	$-\text{CON}(\text{C}_8\text{H}_{18})_2$
7	$-\text{C}_8\text{H}_{17}(\text{n})$	H	$-\text{COOCH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9$
8	$-\text{C}_{12}\text{H}_{25}(\text{n})$	H	$-\text{CONHC}_{10}\text{H}_{37}$
9	H	$-\text{CON}(\text{C}_8\text{H}_{17})_2$	H
10	H	$-\text{COOC}_{12}\text{H}_{25}$	H
11	$-\text{C}_3\text{H}_7(\text{i})$	$-\text{CON}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9]_2$	H
12	H	$-\text{CON}(\text{C}_4\text{H}_9)_2$	$-\text{CON}(\text{C}_4\text{H}_9)_2$
13	H	$-\text{COOC}_{10}\text{H}_{37}$	$-\text{COOC}_{10}\text{H}_{37}$
14	H	$-\text{C}_4\text{H}_9(\text{n})$	$-\text{CON}(\text{C}_4\text{H}_9)_2$
15	H	$-\text{C}_4\text{H}_9(\text{n})$	$-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{OC}_2\text{H}_4\text{OC}_2\text{H}_5$
16	$-\text{CH}_3$	$-\text{COOCH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9$	$-\text{COOC}_2\text{H}_4\text{OC}_2\text{H}_4\text{OC}_2\text{H}_5$
17	H	$-\text{CON}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9]_2$	$-\text{COOC}_{10}\text{H}_{37}$
18	H	$-\text{CON}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9$	$-\text{CON}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9$
19	H	$-\text{CON}(\text{C}_8\text{H}_{18})_2$	$-\text{CON}(\text{C}_8\text{H}_{18})_2$
20	$-\text{CH}_3$	$-\text{COOC}_{10}\text{H}_{37}$	$-\text{COOC}_{10}\text{H}_{37}$
21	$-\text{CH}_3$	$-\text{CON}(\text{C}_8\text{H}_{18})_2$	$-\text{CON}(\text{C}_8\text{H}_{18})_2$
22	H	$-\text{C}_3\text{H}_7(\text{i})$	$-\text{CON}(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OOCCH}_3)_2$
23	$-\text{C}_2\text{H}_5$	$-\text{COOC}_{12}\text{H}_{25}$	H
24	$-\text{C}_4\text{H}_9(\text{n})$	H	$-\text{COOC}_6\text{H}_4\cdot\text{m}\cdot\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$
25	$-\text{C}_4\text{H}_9(\text{n})$	H	$-\text{COOC}_6\text{H}_4\cdot\text{m}\cdot\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$
26	$-\text{C}_4\text{H}_9(\text{n})$	H	$-\text{COOC}_6\text{H}_4\cdot\text{p}\cdot\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$
27	H	H	$-\text{CON}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9]_2$
28	$-\text{C}_3\text{H}_7(\text{i})$	H	$-\text{CON}[\text{C}_8\text{H}_{17}(\text{i})]_2$
29	$-\text{C}_3\text{H}_7(\text{i})$	H	$-\text{CON}[\text{C}_{12}\text{H}_{25}(\text{n})]_2$
30	$-\text{C}_8\text{H}_7(\text{i})$	H	$-\text{CON}[\text{C}_{10}\text{H}_{21}(\text{n})]_2$
31	$-\text{C}_8\text{H}_7(\text{i})$	H	$-\text{CON}[\text{C}_8\text{H}_{18}(\text{n})]_2$
32	$-\text{C}_8\text{H}_7(\text{i})$	H	$-\text{CON}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{C}_6\text{H}_{11}]_2$
33	$-\text{C}_8\text{H}_7(\text{i})$	H	$-\text{CON}[\text{CH}(\text{CH}_3)\text{C}_6\text{H}_{13}]_2$
34	$-\text{C}_2\text{H}_5$	H	$-\text{CON}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9]_2$
35	$-\text{C}_6\text{H}_{13}(\text{n})$	H	$-\text{CON}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9]_2$

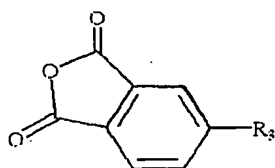
[0018] 本発明のインクジェット記録用インクで用いる一般式(1)で表されるキノフタロン化合物は、常法に従い、例えば、特開平5-39269号公報や特開平7-292264号公報に記載の方法等に準じて製造される。例えば、下記一般式(2)で表される3-ヒドロキシ-2-メチル-4-シンコニン酸誘導体と、一般式(3)で表される無水フタル酸誘導体を反応させる方法が挙げられる。

[化7]



[化8]

(2)



(3)

(式中、 $R_1 \sim R_3$  は前記に同じである。)

【0019】一般式(2)の化合物と一般式(3)の化合物の反応は、高沸点溶媒(例えば、ニトロベンゼン、スルホラン、ジクロロベンゼン、N-メチル-2-ピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノンなど)中、150~230℃で、1~20時間程度反応させる。一般式(1)で表されるキノフタロン化合物において、 $R_1 \sim R_3$  が  $-\text{CONR}_4$ 、 $R_5$  または  $-\text{COOR}$  で表される置換基である化合物は、該置換基を有する式(2)の化合物と式(3)の化合物を反応させるか、カルボン酸を有する式(2)の化合物と式(3)の化合物を反応させた後、エステル化やアミド化を行うことにより製造できる。また、 $R_1 \sim R_3$  がアルキルチオ基である化合物は、一般式(1)の化合物を直接、あるいは式(2)または式(3)の化合物の  $R_1 \sim R_3$  を予めハロゲン化した化合物を用い、アルカリ存在下、該アルキルチオールで置換することで製造できる。なお、一般式(1)で表される化合物の製造方法は、前記の方法に限定されるものではない。

【0020】本発明に係る化合物は、各種インク、特にインクジェット記録方式用の色素として有用である。該色素はそのままでも使用可能であるが、特にインクジェット記録方式用の色素として用いる場合、化合物中に含まれる不純物や無機物等による記録装置の吐出ノズルの目詰まりを防止するために、例えば、イオン交換樹脂や限外濾過による脱塩処理や、その他の脱塩処理方法等、あるいはカラムクロマトグラフィーにより精製を行ってもよい。

【0021】本発明のインクジェット記録用インクは、少なくとも、一般式(1)で表されるキノフタロン化合物から選ばれる少なくとも一種の色素、水、樹脂を主成分とし、すなわち、これらの成分を必須の成分とし、必要により、その他の成分、例えば分散剤、乳化剤、その他の添加剤や助剤を用いて、本発明に係る色素で着色された樹脂微粒子を水媒体中に分散し、乳化工程により乳化分散したエマルションの形態をとっている。また、本発明のインクジェット記録用水系インクは、必要に応じて、有機溶剤、添加剤等を含有していてもよい。一般式(1)で表される色素は、単独で用いてもよいし、2種類以上を混合して用いてもよく、また、その他の構造の異なった色素を混合してもよい。

【0022】本発明のインクジェット記録用水系インクにおいて、樹脂微粒子を構成する樹脂としては、その表面にイオン性基を有するものであれば良く、例えば、ポ

リエステル系樹脂、ビニル重合体、スチレン系樹脂、スチレン-アクリル共重合体、ポリウレタン系樹脂等の様々な樹脂を用いることができる。

(a) ポリエステル系樹脂としては、多価カルボン酸類と多価アルコール類から構成され、単独あるいは二種類以上組み合わせて重合させた樹脂等が挙げられる。多価カルボン酸類としては、特に限定されるものではなく、例えば、テレフタル酸、イソフタル酸、オルソフタル酸、1,5-ナフタレンジカルボン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、ジフェン酸、スルホテレフタル酸、5-スルホイソフタル酸、4-スルホフタル酸、4-スルホナフタレン-2,7-ジカルボン酸、5-[4-スルホフェノキシ]イソフタル酸、スルホテレフタル酸、p-オキシ安息香酸、p-(ヒドロキシエトキシ)安息香酸、コハク酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカンジカルボン酸、フマル酸、マレイン酸、イタコン酸、ヘキサヒドロフタル酸、テトラヒドロフタル酸、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸等で示される芳香族多価カルボン酸、芳香族オキシカルボン酸、脂肪族ジカルボン酸、脂環族ジカルボン酸等が挙げられ、これらは金属塩、アンモニウム塩等としても使用できる。多価アルコール類としては、特に限定されるものではなく、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、2,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、グリセリン、ペンタエリスリトール、1,4-シクロヘキサンジオール、1,4-シクロヘキサジメタノール、スピログリコール、トリシクロデカンジオール、トリシクロデカンジメタノール、メタキシレングリコール、オルトキシレングリコール、1,4-フェニレングリコール、ビスフェノールA、ラクトン系ポリエステルポリオール類等で示される脂肪族多価アルコール類、脂環族多価アルコール類、芳香族多価アルコール類等が挙げられる。また、前記の多価カルボン酸類と多価アルコール類との単独あるいは二種類以上組み合わせて重合させたポリエステル樹脂は、通常知られている末端封止可能な化合物を用いて、高分子鎖の末端の極性基を封止したものをを使用することもできる。

【0023】(b) ビニル重合体、スチレン系樹脂、スチレン-アクリル共重合体等の樹脂としては、特に限定されるものではなく、例えば、以下に挙げる重合性単量体から得られるものが挙げられる。この重合性単量体としては、スチレン、o-メチルスチレン、m-メチルスチレン、p-メチルスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、p

ーエチルスチレン、2, 4-ジメチルスチレン、p-tert-ブチルスチレン、p-クロルスチレン、ジビニルベンゼン等のビニル系芳香族炭化水素、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸イソプロピル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸t-ブチル、アクリル酸n-ペンチル、アクリル酸イソペンチル、アクリル酸ネオペンチル、アクリル酸3-(メチル)ブチル、アクリル酸-2-エチルヘキシル、アクリル酸シクロヘキシル、アクリル酸ヘキシル、アクリル酸オクチル、アクリル酸ノニル、アクリル酸デシル、アクリル酸ウンデシル、アクリル酸ドデシルアクリル酸フェニル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸イソプロピル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸t-ブチル、メタクリル酸n-ペンチル、メタクリル酸イソペンチル、メタクリル酸ネオペンチル、メタクリル酸3-(メチル)ブチル、メタクリル酸-2-エチルヘキシル、メタクリル酸ヘキシル、メタクリル酸オクチル、メタクリル酸ノニル、メタクリル酸デシル、メタクリル酸ウンデシル、メタクリル酸ドデシル等々の(メタ)アクリル酸エステル系、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸等の不飽和カルボン酸、(メタ)アクリルアミド、N-置換マレイミド、無水マレイン酸、(メタ)アクリロニトリル、ビニルケトン、酢酸ビニル、塩化ビニリデン等の単独あるいは二種類以上組み合わせる重合させた樹脂等が挙げられる。

【0024】(c) ポリウレタン系樹脂としては、イソシアネート類とイソシアネート類と反応し得る官能基を有する化合物から構成され、単独あるいは二種類以上組み合わせる重合させた樹脂等が挙げられる。イソシアネート類としては、例えば、エチレンジイソシアネート、トリメチレンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、オクタメチレンジイソシアネート、ノナメチレンジイソシアネート、2, 2-ジメチルペンタンジイソシアネート、2, 2, 4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、デカメチレンジイソシアネート、ブテンジイソシアネート、1, 3-ブタジエン-1, 4-ジイソシアネート、2, 4, 4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、1, 6, 11-ウンデカトリイソシアネート、1, 3, 6-ヘキサメチレントリイソシアネート、1, 8-ジイソシアナト-4-イソシアナトメチルオクタン、2, 5, 7-トリメチル-1, 8-ジイソシアナト-5-イソシアナトメチルオクタン、ビス(イソシアナトエチル)カーボネート、ビス(イソシアナトエチル)エーテル、1, 4-ブチレングリコールジプロピルエーテル- $\omega$ ,  $\omega'$ -ジイソシアネート、リジンジイソシアナトメチルエステル、リジントリイソシアネート、2-イソシアナトエチル-2, 6-ジイソシアナトエチル-

2, 6-ジイソシアナトヘキサノエート、2-イソシアナトプロピル-2, 6-ジイソシアナトヘキサノエート、キシリレンジイソシアナート、ビス(イソシアナトエチル)ベンゼン、ビス(イソシアナトプロピル)ベンゼン、 $\alpha$ ,  $\alpha$ ,  $\alpha'$ ,  $\alpha'$ -テトラメチルキシリレンジイソシアナート、ビス(イソシアナトブチル)ベンゼン、ビス(イソシアナトメチル)ナフタレン、ビス(イソシアナトメチル)ジフェニルエーテル、ビス(イソシアナトエチル)フタレート、メシチレントリイソシアネート、2, 6-ジ(イソシアナトメチル)フラン等の脂肪族ポリイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、ビス(イソシアナトメチル)シクロヘキサン、ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、シクロヘキサンジイソシアネート、メチルシクロヘキサンジイソシアネート、ジシクロヘキシルジメチルメタンジイソシアネート、2, 2-ジメチルジシクロヘキシルメタンジイソシアネート、ビス(4-イソシアナト-n-ブチリデン)ペンタエリスリトール、ダイマ酸ジイソシアネート、2-イソシアナトメチル-3-(3-イソシアナトプロピル)-5-イソシアナトメチル-ビシクロ[2, 2, 1]-ヘプタン、2-イソシアナトメチル-3-(3-イソシアナトプロピル)-6-イソシアナトメチル-ビシクロ[2, 2, 1]-ヘプタン、2-イソシアナトメチル-2-(3-イソシアナトプロピル)-5-イソシアナトメチル-ビシクロ[2, 2, 1]-ヘプタン、2-イソシアナトメチル-2-(3-イソシアナトプロピル)-6-イソシアナトメチル-ビシクロ[2, 2, 1]-ヘプタン、2-イソシアナトメチル-3-(3-イソシアナトプロピル)-6-(2-イソシアナトエチル)-ビシクロ[2, 2, 1]-ヘプタン、2-イソシアナトメチル-3-(3-イソシアナトプロピル)-6-(2-イソシアナトエチル)-ビシクロ[2, 1, 1]-ヘプタン、2-イソシアナトメチル-2-(3-イソシアナトプロピル)-5-(2-イソシアナトエチル)-ビシクロ[2, 1, 1]-ヘプタン、2-イソシアナトメチル-2-(3-イソシアナトプロピル)-6-(2-イソシアナトエチル)-ビシクロ[2, 2, 1]-ヘプタン、ノルボルナンビス(イソシアナトメチル)等の脂環族ポリイソシアネート、

【0025】フェニレンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、エチルフェニレンジイソシアネート、イソプロピルフェニレンジイソシアネート、ジメチルフェニレンジイソシアネート、ジエチルフェニレンジイソシアネート、ジイソプロピルフェニレンジイソシアネート、トリメチルベンゼントリイソシアネート、ベンゼントリイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート、メチルナフタレンジイソシアネート、ピフェニルジイソシアネート、トリジンジイソシアネート、4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、3, 3'-ジメチルジフェニルメタン-4, 4'-ジイソシアネート、ビベ

ンジル-4, 4'-ジイソシアネート、ビス(イソシアナトフェニル)エチレン、3, 3'-ジメトキシビフェニル-4-4'-ジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート、ポリメリックMDI、ナフタレントリイソシアネート、ジフェニルメタン-2, 4, 4'-トリイソシアネート、3-メチルジフェニルメタン-4, 6, 4'-トリイソシアネート、4-メチルジフェニルメタン-3, 5, 2', 4', 6'-ペンタイソシアネート、フェニルイソシアナトメチルイソシアネート、フェニルイソシアナトエチルエチルイソシアネート、テトラヒドロナフチレンジイソシアネート、ヘキサヒドロベンゼンジイソシアネート、ヘキサヒドロジフェニルメタン-4, 4'-ジイソシアネート、ジフェニルエーテルジイソシアネート、エチレングリコールジフェニルエーテルジイソシアネート、1, 3-プロピレングリコールジフェニルエーテルジイソシアネート、ベンゾフェノンジイソシアネート、ジエチレングリコールジフェニルエーテルジイソシアネート、ジベンゾフランジイソシアネート、カルバゾールジイソシアネート、エチルカルバゾールジイソシアネート、ジクロロカルバゾールジイソシアネート等の芳香族ポリイソシアネート、  
 【0026】チオジエチルジイソシアネート、チオプロビルジイソシアネート、チオジヘキシルジイソシアネート、ジメチルスルフォンジイソシアネート、ジチオジメチルジイソシアネート、ジチオジエチルジイソシアネート、ジチオプロビルジイソシアネート、ジシクロヘキシルスルフィド-4, 4'-ジイソシアネート等の含硫脂肪族イソシアネート、ジフェニルスルフィド-2, 4'-ジイソシアネート、ジフェニルスルフィド-4, 4'-ジイソシアネート、3, 3'-ジメトキシ-4, 4'-ジイソシアナトジベンジルチオエーテル、ビス(4-イソシアナトメチルベンゼン)スルフィド、4, 4'-メトキシベンゼンチオエチレングリコール-3, 3'-ジイソシアネート等の芳香族スルフィド系イソシアネート、ジフェニルジスルフィド-4, 4'-ジイソシアネート、2, 2'-ジメチルジフェニルジスルフィド-5, 5'-ジイソシアネート、3, 3'-ジメチルジフェニルジスルフィド-5, 5'-ジイソシアネート、3, 3'-ジメチルジフェニルジスルフィド-6, 6'-ジイソシアネート、4, 4'-ジメチルジフェニルジスルフィド-5, 5'-ジイソシアネート、3, 3'-ジメトキシジフェニルジスルフィド-4, 4'-ジイソシアネート、4, 4'-ジメトキシジフェニルジスルフィド-3, 3'-ジイソシアネート等の芳香族ジスルフィド系イソシアネート、  
 【0027】ジフェニルスルホン-4, 4'-ジイソシアネート、ジフェニルスルホン-3, 3'-ジイソシアネート、ベンジディンスルホン-4, 4'-ジイソシアネート、ジフェニルメタンスルホン-4, 4'-ジイソシアネート、4-メチルジフェニルメタンスルホン-

2, 4'-ジイソシアネート、4, 4'-ジメトキシジフェニルスルホン-3, 3'-ジイソシアネート、3, 3'-ジメトキシ-4, 4'-ジイソシアネートジベンジルスルホン、4, 4'-ジメチルジフェニルスルホン-3, 3'-ジイソシアネート、4, 4'-ジ-tert-ブチルジフェニルスルホン-3, 3'-ジイソシアネート、4, 4'-メトキシベンゼンエチレンジスルホン-3, 3'-ジイソシアネート、4, 4'-ジクロロジフェニルスルホン-3, 3'-ジイソシアネート等の芳香族スルホン系イソシアネート、4-メチル-3-イソシアナトベンゼンスルホン-4'-イソシアナトフェノールエステル、4-メトキシ-3-イソシアナトベンゼンスルホン-4'-イソシアナトフェノールエステル等のスルホン酸エステル系イソシアネート、4-メチル-4'-イソシアネート、ジベンゼンスルホン-エチレンジアミン-4, 4'-ジイソシアネート、4, 4'-メトキシベンゼンスルホン-エチレンジアミン-3, 3'-ジイソシアネート、4-メチル-3-イソシアナトベンゼンスルホン-アニリド-4-メチル-3'-イソシアネート等の芳香族スルホン酸アミド、チオフェン-2, 5-ジイソシアネート、チオフェン-2, 5-ジイソシアナトメチル、1, 4-ジチアン-2, 5-ジイソシアネート、1, 4-ジチアン-2, 5-ジイソシアナトメチル等の含硫複素環化合物等が挙げられる。  
 【0028】前記イソシアネート類と反応し得る官能基を有する化合物としては、例えば、以下のものが挙げられる。ポリオール化合物：エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ブチレングリコール、ネオペンチルグリコール、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ブタントリオール、1, 2-メチルグリコサイド、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、トリペンタエリスリトール、ソルビトール、エリスリトール、スレイトール、リビトール、アラビニトール、キシリトール、アリトール、マニトール、ドルシトール、イディトール、グリコール、イノシトール、ヘキサントリオール、トリグリセロール、ジグリセロール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラエチレンエーテルグリコール、トリス(2-ヒドロキシエチル)イソシアヌレート、シクロブタンジオール、シクロペンタンジオール、シクロヘキサジオール、シクロヘブタンジオール、シクロオクタンジオール、シクロヘキサジメタノール、ヒドロキシプロピルシクロヘキサノール、トリシクロ[5, 2, 1, 0<sup>2,6</sup>]デカン-ジメタノール、ビシクロ[4, 3, 0]-ノナンジオール、ジシクロヘキサジオール、トリシクロ[5, 3, 1, 1]ドデカンジオール、ビシクロ[4, 3, 0]ノナンジメタノール、トリシクロ

【5, 3, 1, 1】ドデカン-エタノール、ヒドロキシプロピルトリシクロ【5, 3, 1, 1】ドデカノール、スピロ【3, 4】オクタンジオール、1, 1'-ビスクロヘキシリデンジオール、シクロヘキサントリオール、マルチオール、ラクチオール等の脂肪族ポリオール；  
 【0029】ジヒドロキシナフタレン、トリヒドロキシナフタレン、テトレヒドロキシナフタレン、ジヒドロキシベンゼン、ベンゼントリオール、ビフェニルテトラオール、ピロガオール、(ヒドロキシナフチル)ピロガオール、トリヒドロキシフェナントレン、ビスフェノールA、ビスフェノールF、キシリレングリコール、ジ(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼン、ビスフェノールA-ビス(2-ヒドロキシエチルエーテル)、テトラブROMビスフェノールA、テトラブROMビスフェノールA-ビス(2-ヒドロキシエチルエーテル)、ビスフェノールS等の芳香族ポリオール；ジブROMモノオベンチルグリコール等のハロゲン化ポリオール、ポリエステルポリオール、ポリカプロラクトン、ポリチオエーテルポリオール、ポリアセタールポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリカプロラクトンポリオール、ポリチオエーテルポリオール、ポリブタジエンポリオール、フランジメタノールの他にシュウ酸、グルタミン酸、アジピン酸、酢酸、フタル酸、イソフタル酸、サリチル酸、ピロメリット酸等の有機酸と前記ポリオールとの縮合反応生成物、前記ポリオールとエチレンオキシドや、プロピレンオキシド等アルキレンオキシドとの付加反応生成物、アルキレンポリアミンとアルキレンオキシドとの付加反応生成物、2, 2-ジメチロール乳酸、2, 2-ジメチロールプロピオン酸、2, 2-ジメチロールブタン酸、2, 2-ジメチロール吉草酸、3, 4-ジアミノブタン30 スルホン酸、3, 6-ジアミノ-2-トルエンスルホン酸、及びこれらのカプロラクトン変性品；2-メルカプトエタノール、3-メルカプト-1, 2-プロパンジオール、グリセリンジ(メルカプトアセテート)、1-ヒドロキシ-4-メルカプトシクロヘキサン、2, 4-ジメルカプトフェノール、2-メルカプトヒドロキノ、4-メルカプトフェノール、1, 3-ジメルカプト-2-プロパノール、2, 3-ジメルカプト-1, 3-ブタンジオール、ペンタエリスリトールトリス(3-メルカプトプロピオネート)、ペンタエリスリトールモノ(3-メルカプトプロピオネート)、ペンタエリスリトールトリス(チオグリコレート)、ペンタエリスリトールペンタキス(3-メルカプトプロピオネート)、ヒドロキシメチルトリス(メルカプトエチルチオメチル)メタン、1-ヒドロキシエチルチオ-3-メルカプトエチルチオベンゼン、4-ヒドロキシ-4'-メルカプトジフェニルスルホン、2-(2-メルカプトエチルチオ)エタノール、ジヒドロキシエチルスルフィドモノ(3-メルカプトプロピオネート)、ジメルカプトエタンモノ(サルチレート)、ヒドロキシエチルチオメチル

ートリス(メルカプトエチルチオ)メタン等が挙げられる。

【0030】その他、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、プロピレンジアミン、ブチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、シクロヘキシレンジアミン、ビペラジン、2-メチルビペラジン、フェニレンジアミン、トリレンジアミン、キシレンジアミン、 $\alpha$ ,  $\alpha'$ -メチレンビス(2-クロルアニリン)3, 3'-ジクロル- $\alpha$ ,  $\alpha'$ -ビフェニルアミン、m-キシレンジアミン、イソフロレンジアミン、N-メチル-3, 3'-ジアミノプロピルアミン、ノルボルネンジアミン等に挙げられるポリアミノ化合物、ポリチオール化合物、セリン、リシン、ヒスチジン、等の $\alpha$ -アミノ酸、更にこれら上記の活性水素化合物のハロゲン置換体も使用することが出来る。これらはそれぞれ単独で用いることも、また2種類以上混合して用いても良い。これらの樹脂は、単独あるいは2種類以上混合させて用いることもできるが、なんらこれらに限定されるものではない。

【0031】樹脂は、その表面にイオン性基を含有することによって優れた水分散性を発現する。このようなイオン性基としてはスルホン酸基、カルボン酸基、硫酸基、リン酸基、ホスホン酸基およびホスフィン酸基もしくはこれらのアルカリ金属塩基やアンモニウム塩基、または第1級~第3級アミン基等を例示することができ、カルボン酸アルカリ金属塩基、カルボン酸アンモニウム塩基、スルホン酸アルカリ金属塩基およびスルホン酸アンモニウム塩基が好ましく、特にスルホン酸アルカリ金属塩基およびスルホン酸アンモニウム塩基が水分散安定性の点で好ましい。イオン性基の導入は、樹脂合成時にイオン性基を有する単量体を添加すればよい。例えば、ポリエステル系樹脂にイオン性基としてカルボン酸アルカリ金属塩基またはカルボン酸アンモニウム塩基を導入する場合には、ポリエステルの重合末期に、トリメリット酸等の多価カルボン酸を系内に導入することにより、樹脂末端にカルボキシル基を付加し、さらにこれをアンモニア、水酸化ナトリウム等で中和することによりカルボン酸塩の基に交換する方法用いることができる。

【0032】また、ポリエステル系樹脂微粒子にイオン性基としてスルホン酸アルカリ金属塩基またはスルホン酸アンモニウム塩基を導入する場合には、スルホン酸アルカリ金属塩基またはスルホン酸アンモニウム塩基を有するモノまたはジカルボン酸を系内に導入することにより、これらのイオン性基をポリエステル樹脂に導入することができる。塩としてはアンモニウム系イオン、Li, Na, K, Mg, Ca, Cu, Fe等が挙げられ、特に好ましいものはKまたはNaである。

【0033】本発明は、一般式(1)で表される化合物から選ばれる少なくとも1種の色素で着色された樹脂微粒子、この樹脂微粒子を水媒体中に分散した分散体、及

び分散体を経て乳化分散されたエマルジョンであるインクジェット記録用インクを含む。本発明に係る色素で着色された樹脂微粒子は、次のように製造される。

①前記の重合性単量体に色素を溶解または分散させた後、乳化重合を行う方法、

②前記の重合性単量体の重合を行い樹脂を得た後、色素を直接添加し、必要に応じて添加剤等を加えて均一溶解または均一分散させて着色する方法、

③水溶性有機溶媒（例えば、アセトン、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、ジオキサン等）や通常知られている造膜助剤（例えば、テキサノール、N、N-ジメチルピロリドン等）に色素を溶解または分散させたものを、重合を行った前記の樹脂に加え、また、必要に応じて添加剤等を加えて均一溶解または均一分散して、着色する方法、

④水不溶性有機溶媒（例えば、トルエン等）に色素を溶解または分散させたものを、重合を行った前記の樹脂に加え、また、必要に応じて添加剤等を加えて均一溶解または均一分散、さらに水を加えて水分散体とし乳化を行い、さらに必要に応じて水不溶性有機溶媒を留去して着色する方法、または、

⑤前記の樹脂の水系分散体を得た後、色素を加えて、高温処理を行う高温染色法等によって着色する方法、等で製造される。

【0034】これらの方法で製造される本発明に係る色素で着色された樹脂微粒子は、その粒子径については特に限定されないが、水媒体中に分散剤を用いて分散させる分散体においては、粒子径が小さいほど好ましく、特にインクジェット記録用色素分散体として用いられる場合は、平均粒径が0.01~1 $\mu$ m、さらに0.05~0.8 $\mu$ mであるのが好ましい。また、色素で着色された樹脂微粒子を水媒体中に分散させた分散体の製造は、特に限定されるものではなく、分散体を適用する用途に応じて、選択された分散体を用い、及び所望の組成の分散体とすることが出来る。着色された樹脂微粒子において、色素は、色素と樹脂との相溶性に左右されて、樹脂中に均一に溶解または一部樹脂の表面に均一分散付着するものも含むが、好ましくは、色素が樹脂中に均一に溶解したものである。樹脂に対する色素の量は、通常1~90重量%、好ましくは5~50重量%である。しかし、特に限定されるものではない。また、これらの着色された樹脂微粒子またはその分散体は、その疎水性を活かして各種の着色、記録用材料として適用できる。また、これらを乳化する工程を経てエマルジョンとしてインクジェット記録用インクを製造することが出来る。

【0035】本発明のインクジェット記録用水系インクは、上記の一般式(1)で表される化合物である色素（以下、単にインクジェット記録用色素と言う）、樹脂及び水を必須の成分として用いるエマルジョンであり、次の方法で製造できる。

①前記の重合性単量体にインクジェット記録用色素を溶解または分散させた後、乳化重合を行い、必要に応じて添加剤等を加えて均一溶解または均一分散、さらに水を加えて水分散体とし乳化を行う方法、

②重合を行い前記の樹脂を得た後、インクジェット記録用色素を直接添加し、必要に応じて添加剤等を加えて均一溶解または均一分散、さらに水を加えて水分散体とし乳化を行う方法、

③水溶性有機溶媒（例えば、アセトン、メチルエチルケトン、テトラヒドロフラン、ジオキサン等）や通常知られている造膜助剤（例えば、テキサノール、N、N-ジメチルピロリドン等）にインクジェット記録用色素を溶解または分散させたものを、重合を行った前記の樹脂に加え、また、必要に応じて添加剤等を加えて均一溶解または均一分散、さらに水を加えて水分散体とし乳化を行い、さらに必要に応じて水溶性有機溶媒を留去する方法、

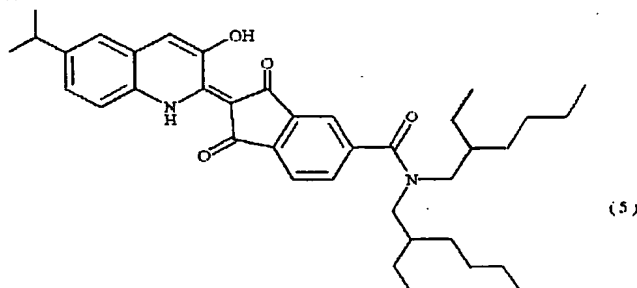
④水不溶性有機溶媒（例えば、トルエン等）にインクジェット記録用色素を溶解または分散させたものを、重合を行った前記の樹脂に加え、また、必要に応じて添加剤等を加えて均一溶解あるいは均一分散、さらに水を加えて水分散体とし乳化を行い、さらに必要に応じて水不溶性有機溶媒を留去する方法、あるいは、⑤前記の樹脂の水系分散体を得た後、インクジェット記録用色素を加えて、高温処理を行う高温染色法等によって着色し、着色した樹脂を微粒子の水分散体の乳化を行う方法、等で製造される。なお、製造に際しては、不溶物を除去するため、メンブランフィルター等の微小孔径のフィルターで濾過することもある。

【0036】乳化して得られた水系分散体中の着色樹脂微粒子（以下、色素で着色した樹脂微粒子を単に着色樹脂微粒子ということもある）は、平均粒径が0.01~1 $\mu$ mであることが好ましく、さらに0.05~0.8 $\mu$ mであることが特に好ましい。平均粒径が小さすぎると画像濃度の低下や耐水性の低下を引き起こす可能性があり、また、大きすぎるとインク中における分散安定性が低下して沈降物が生じ保存安定性が悪くなる問題や、ノズルの目詰まり等の問題を引き起こす可能性がある。着色樹脂微粒子中の色素の含有量は、用途、目的、色素の種類、インク組成、インクの印字濃度、目詰まり性にもよるが、樹脂中に、1~90重量%、好ましくは5~50重量%である。色素の含有量が少ないと十分な記録画像を得ようとした際、多量のインクを必要とし、記録装置の印字ヘッドや記録紙に負荷がかかり、また、多いと色素が樹脂粒子から析出し易くなりインク中に析出物を生じ、印字ヘッドの目詰まり等を引き起こす。

【0037】また、本発明のインクジェット記録用水系インク（以下、単に本発明のインクと言う）には、インクの色調を調整するために、その他の色素や、インク特性を損なわない程度に、公知の染料や顔料をエマルジョ

ンまたは微分散状態に処理したものを添加しても差し支えない。また、インク中の着色樹脂微粒子の含有量は1～70重量%、好ましくは5～50重量%である。本発明のインクには、必要に応じて、インクの保湿性、表面張力、粘度、乾燥速度等を調整するために、水溶性有機溶媒を含有させることが可能である。水溶性有機溶媒としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、グリセリン、チオグリコール等の多価アルコール類；エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル等の多価アルコールエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類、N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジエチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド等のアミド類；2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、N-ビニル-2-ピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジン等の含窒素化合物、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、1-ブタノール、2-ブタノール等のアルコール類、グリセリン等を用いることができる。これらの水溶性有機溶媒を含有させる場合には、インク全量に対して1～20重量%含有させることが好ましい。また、インクの保存安定性を向上させるためにインクのpHを7～10に調整することが好ましい。pH調整剤としては、NaHCO<sub>3</sub>、Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>、エタノールアミン、ジエタノールアミンおよびトリエタノールアミン等のアルカノールアミン、水酸化カリウム及び水酸化リチウム等のアルカリ金属の水酸化物等が挙げられる。

【0038】また、本発明のインクには、従来使用されている種々の添加剤を、必要に応じて加えることができる。例えば、紫外線吸収剤、酸化防止剤、分散剤、分散安定剤、キレート化剤、水溶性ポリマー、マスキング \*



で表される色素No. 1を6部得た。この色素のトルエン溶液中における極大吸収波長(λ<sub>max</sub>)は453および429nmであり、453nmにおけるグラム吸光係

\* 剤、防かび剤、防腐剤、粘度調節剤、界面活性剤、表面張力調整剤、pH調整剤、比抵抗値調整剤、近赤外線吸収剤、浸透剤等の添加剤が挙げられる。前記成分から構成される本発明のインクは、インクジェット記録方式のインクとして使用する以外に、筆記用具等のインクとしても使用可能であり、記録特性、保存安定性、被記録材への定着性、記録画像の鮮明性、耐光性、耐水性等に優れたものである。また、本発明で使用する色素は、有機溶剤に対する溶解性が高いため、捺染用途、印刷用途等の溶剤型インクジェットインクとしても利用可能である。

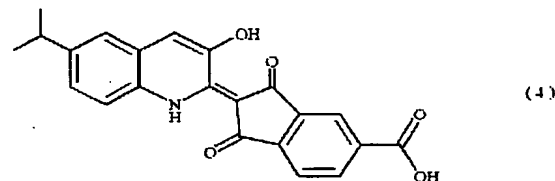
#### 【0039】

【実施例】以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。なお、実施例中の「部」は重量部を示す。

#### 色素の製造例1

第1表中の色素No. 1は次の方法で製造した。スルホラン285部にトリメリット酸無水物21.1部を加え、185℃に加熱し、更に3-ヒドロキシ-2-メチル-6-イソプロピルキノリン-4-カルボン酸24.6部を加えて、200℃で1時間反応させ、目的物の前駆体である下記式(4)

#### 【化9】



の化合物37.2部を得た。o-ジクロロベンゼン25部に、式(4)の化合物5部を加え、100℃に昇温した。そこに、塩化チオニル3.6部を滴下し、2.5時間保温後、減圧下、過剰の塩化チオニルを留去した。100℃でジ(2-エチルヘキシル)アミン15部を滴下、2時間保温攪拌し、室温まで冷却した。反応液をメタノール50部に排出し、下記式(5)

#### 【化10】

数(εg)は90600ml/g・cmであった。元素分析の結果を下記に示した。

## ・元素分析結果：

分析値 C：76.3% H：8.4% N：4.6%

計算値 C：76.2% H：8.4% N：4.7%

この化合物は溶媒溶解性が高く、室温にてトルエンに対し30%以上の溶解性を示した。

## 【0040】実施例1

着色樹脂微粒子及びその分散液（A）の製造例

温度計、攪拌機を備えたオートクレーブ中に、ジメチルテレフタレート180部、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジメチルエステル10部、エチレングリコール130部、トリシクロデカンジメタノール25部、テトラブトキシチタネート0.1部を装入し、180～220℃で約3時間加熱してエステル交換反応を行った。次いで、反応混合物を240℃まで加熱した後、オートクレーブ内の圧力を10mmHgまでゆっくりと下げ、1時間反応を続けた。オートクレーブ内の圧力を大気圧までもどし、共重合ポリエステル樹脂を得た。次に、得られたポリエステル樹脂100部、メチルエチルケトン150部、テトラヒドロフラン150部、第1表中No. 1で表されるインクジェット記録用色素10部を混合した\*20

\*後、水600部を添加し、さらに混合した。この混合物を0.8ミクロンのメンブランフィルターで濾過し、加熱して溶剤を留去させた。冷却後、水を加えて固形分濃度を20重量%とし、着色樹脂微粒子分散液（A）を得た。分散液中に分散している微小樹脂粒子は平均粒径0.2μmを有するイエロー色に着色された樹脂の微小粒子であった。

## 【0041】特性の評価

該着色樹脂微粒子分散液にグリセリンおよび水を添加し、固形分15重量%を含有する水系インクを得た。この水系インクを用い、ビエゾ方式インクジェットプリンター用インクカートリッジに充填し、同方式プリンターにより印字及び画像記録を行い、下記の項目について試験を行った。その結果を第3表に示す。なお、各試験項目の評価基準は下記の通りである。

（A）乳化評価：エマルジョンインク作製時における乳化の状況を目視にて評価した。

評価基準：乳化良好 : ◎  
 僅かに浮遊物があるが実用上問題ないレベル : ○  
 僅かにゲル化が見られ問題となる可能性があるレベル : △  
 乳化不良でインクとして問題あり : ×

（B）画像評価：普通紙に画像を形成させ、滲み状態を目視により判定した。

評価基準：滲みがない : ◎  
 滲みはあるが画像には影響なし : ○  
 滲みが目立つ : ×

※ 評価基準：OD値が90～100% : ◎◎  
 OD値が80～90%未満 : ◎  
 OD値が70～80%未満 : ○  
 OD値が50～70%未満 : △  
 OD値が50%未満 : ×

（C）画像記録濃度評価：画像記録された普通紙を、反射濃度計（マクベス社製）を用い、記録濃度（OD値）を測定し、画像記録濃度評価を行った。

評価基準：OD値が1.1以上 : ◎  
 OD値が1.0～1.1未満 : ○  
 OD値が0.8～1.0未満 : △  
 OD値が0.8未満 : ×

（E）耐光性評価：キセノンフェードメーター（スガ試験機社製）を用い、照射前と100時間照射した後の印字濃度（OD値）を測定し、OD<sub>2</sub>を比較して耐光性評価を行った。

OD<sub>2</sub> = (照射後のOD値) / (照射前のOD値) × 100

評価基準：OD値が90～100% : ◎◎  
 OD値が80～90%未満 : ◎  
 OD値が70～80%未満 : ○  
 OD値が50～70%未満 : △  
 OD値が50%未満 : ×

（D）耐水性評価：試験の画像記録された普通紙の印字部分を、水に漬ける前と水に漬けて自然乾燥後の印字濃度（OD値）を反射濃度計で測定し、OD<sub>1</sub>を比較して耐水性評価を行った。

OD<sub>1</sub> = (水に漬けて自然乾燥後のOD値) / (水に漬ける前のOD値) × 100

（F）インクの保存安定性評価：水系インクの初期保存安定性（40℃、1ヶ月間保存）、更に長期保存安定性（40℃、3ヶ月間保存）を評価するため、それぞれ保存した後の水系インクの状態を目視にて観察し、また上記プリンターで長時間連続記録して、目詰まりの有無を観察した。

## （F-1）インクの保存後の状態

評価基準：沈殿物、浮遊物が全くなく問題なし : ○  
 僅かに浮遊物が見られる : △



沈殿物、浮遊物が見られ問題あり : ×

(F-2) 目詰まりの有無

評価基準: 異常なし : ○

現段階では問題ないレベル: △

異常あり : ×

#### 【0042】実施例2

着色樹脂微粒子分散液 (B) の製造例

温度計、攪拌機を備えたオートクレーブ中に、ジメチル  
テレフタレート 150部、ジメチルイソフタレート  
50部、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジメチルエ  
ステル 5部、エチレングリコール 150部、ネオペン  
チルグリコール 250部、テトラブトキシチタネー  
ト 0.1部を装入し、180~220℃で約3時間加  
熱してエステル交換反応を行った。次いで、反応混合物  
を240℃まで加熱した後、オートクレーブ内の圧力を  
10mmHgまでゆっくりと下げ、1時間反応を続け  
た。オートクレーブ内の圧力を大気圧までもどし、共重  
合ポリエステル樹脂を得た。次に、得られたポリエステ  
ル樹脂100部、メチルエチルケトン150部、テトラ  
ヒドロフラン150部、第1表中No. 5で表されるイン  
クジェット記録用色素10部を混合した後、水600  
部を添加し、さらに混合した。この混合物を0.8ミク  
ロンのメンブランフィルターで濾過し、加熱して溶剤を  
留去させた。冷却後、水を加えて固形分濃度を20重量  
%とし、着色樹脂微粒子分散液 (B) を得た。分散液中  
に分散している微小樹脂粒子は平均粒径0.3μmを有  
するイエロー色に着色された樹脂の微小粒子であった。  
該着色樹脂微粒子分散液にグリセリンおよび水を添加  
し、固形分15重量%を含有する水系インクを得た。実  
施例1と同様にインクの特性的評価を行った結果を第2  
表 (表2) 及び表3に示す。

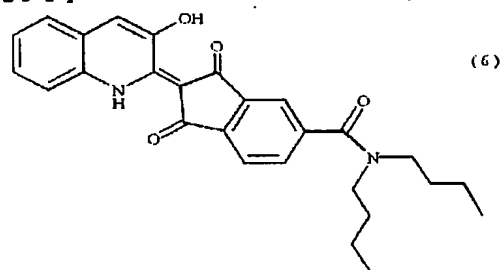
#### 【0043】実施例3~36

第1表に記載のインクジェット記録用色素を用い、実施  
例1または2の方法でインクを作製し、該インクの特性  
評価を行い、その結果を、第2表に示した。なお、第2  
表中の「インク製造法」は実施例1または2のいずれか  
の方法を示す。本発明のインクジェット記録用色素を用  
いた全ての水系インクは、特に耐水性に優れ、長期に渡  
る保存安定性に優れたものであった。また、記録画像に  
おいても良好で滲みもなく、耐光性に優れたものであ  
った。

#### 【0044】比較例1

下記式 (6)

【化11】

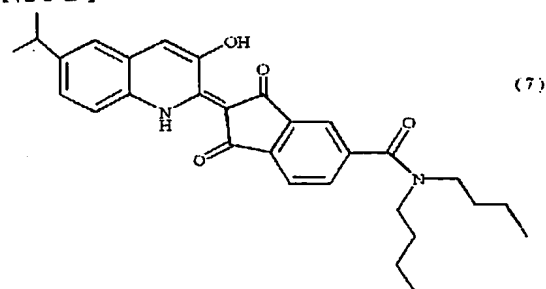


で表されるキノフタロン系色素を用い、実施例2の方法  
に準じてインクを作製したところ、一部不溶物が見られ  
た。該インクをフィルターに通して不溶物を除去した  
後、同様に特性評価を行った。その結果、第2表に示す  
ように、本発明のインクジェット記録用色素に比べ、著  
しく悪かった。

#### 【0045】比較例2

下記式 (7)

【化12】



で表されるキノフタロン化合物を用い、実施例1の方法  
に従い、インクジェット記録用インクを作製したとこ  
ろ、色素の溶解性が低いため一部不溶物が見られた。該  
インクをフィルターに通して不溶物を除去した後、同様  
に特性評価を行った。その結果、第2表に示すように、  
本発明のインクジェット記録用色素に比べ、著しく悪か  
った。

#### 【0046】

表2

第2表

実施例	色 素 No.	インク 製造法	特 性 評 価									
			A	B	C	D	E	F-1 (一ヶ月後)	F-1 (三ヶ月後)	F-2 (一ヶ月後)	F-2 (三ヶ月後)	
1	1	実施例1	◎	◎	◎	◎◎	◎◎		○	○	○	
2	5	実施例2	○	◎	○	◎	◎		○	○	△	
3	2	実施例1	○	◎	○	◎	◎◎		○	○	△	
4	3	↑	○	◎	△	◎	◎		○	○	△	
5	4	↑	△	◎	×	◎	◎		○	○	×	
6	6	↑	○	◎	△	◎	◎		○	○	△	
7	9	↑	○	◎	○	◎	◎		○	○	△	
8	12	↑	◎	◎	○	◎◎	◎		○	○	○	
9	13	↑	△	◎	○	◎	◎		○	○	△	
10	17	↑	◎	◎	◎	◎◎	◎◎		○	○	○	
11	19	↑	△	◎	△	◎	◎		○	○	○	
12	20	↑	○	◎	○	◎◎	◎		○	○	○	
13	21	↑	◎	◎	◎	◎◎	◎◎		○	○	○	
14	25	↑	△	◎	○	◎	◎		○	○	△	
15	28	↑	△	◎	△	◎	◎		○	○	△	
16	2	実施例2	◎	◎	○	◎	◎◎		○	○	△	
17	3	↑	○	◎	△	◎	◎		○	○	△	
18	4	↑	△	◎	×	◎	◎		○	○	×	
19	5	↑	○	◎	○	◎	◎		○	○	△	

第2表 (つづき)

実施例	色 素 No.	インク 製造法	特 性 評 価					F-1 (一ヶ月後)	F-1 (三ヶ月後)	F-2 (一ヶ月後)	F-2 (三ヶ月後)
			A	B	C	D	E				
20	6	↑	○	◎	△	◎	◎	○	△	○	△
21	10	↑	△	◎	×	◎	◎	○	△	○	△
22	11	↑	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	○	○
23	15	↑	△	◎	△	◎	◎	○	△	○	△
24	16	↑	△	◎	△	◎	◎	○	△	○	△
25	22	↑	○	◎	○	◎	◎	○	△	○	△
26	23	↑	△	◎	×	◎	◎	○	×	○	×
27	24	↑	△	◎	×	◎	◎	○	×	○	×
28	27	↑	△	◎	△	◎	◎	○	△	○	△
29	実施例 1		◎	◎	◎	◎	◎	○	○	○	○
30		↑	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	○	○
31	↑	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	○	○
32	↑	○	◎	○	◎	◎	◎	○	△	○	△
33	↑	◎	◎	○	◎	◎	◎	○	○	○	○
34	↑	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	○	○
35	↑	◎	◎	○	◎	◎	◎	○	○	○	○
36	↑	◎	○	◎	◎	◎	◎	○	○	○	○
比較例 1	式(6)	実施例 2	×	○	×	○	○	×	×	×	×
比較例 2	式(7)	実施例 1	×	○	×	○	○	×	×	×	×

【0048】本発明に係る黄色系色素は、特に耐水性に優れており、更に、耐光性、樹脂との相溶性に優れ、インクジェット記録用水系インク用に好適である。更に、これらの色素を用いて得られる本発明のインクジェット記録用水系インクは、耐光性、保存安定性に優れた性能を示す。特にインクジェット記録方式の水系インクとして使用する場合、水に不溶の該黄色系色素、水および樹脂を少なくとも主成分とし、エマルジョンを形成してな

るインク組成物を用いて、高品位で滲みの無い画像を形成可能となり、記録画像も耐水性に優れた特性を有する。すなわち、本発明は、高品位の画像を与えるインクジェット記録用水系インク、これに用いる耐光性、保存安定性に優れた黄色系色素およびこの色素を用いた樹脂微粒子、ならびにこの微粒子を水に分散した分散体を提供することが出来る。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード(参考)
C 0 9 B 25/00		C 0 9 B 67/46	A
67/46		C 0 8 L 67:00	
// C 0 8 L 67:00		B 4 1 J 3/04	1 0 1 Y
(72)発明者 大熊 正		(72)発明者 高後 修	
千葉県袖ヶ浦市長浦字拓二号580番地32		千葉県袖ヶ浦市長浦字拓二号580番地32	
三井化学株式会社内		三井化学株式会社内	